

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number :

2002-080921

(43)Date of publication of application : 22.03.2002

(51)Int.Cl.

C22C 1/00
B22D 11/06
B22F 1/00
C22C 33/04
C22C 38/00
C22C 45/02
H01F 1/053
H01F 1/06
H01F 41/02
// C21D 6/00

(21)Application number : 2000-270967

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS
CO LTD

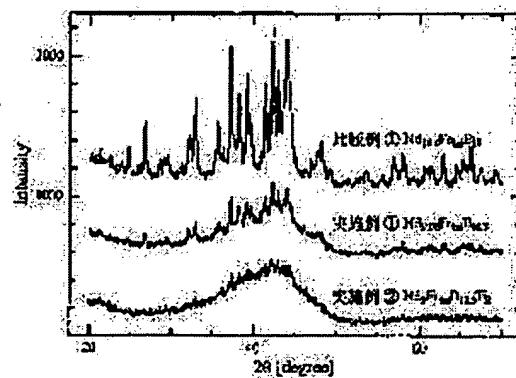
(22)Date of filing : 07.09.2000

(72)Inventor : MURAKAMI YOSHIKAZU
HIROZAWA SATORU
KANEKIYO HIROKAZU
MITSUGI TOSHIO(54) RAW MATERIAL ALLOY FOR IRON-BASED RARE EARTH ALLOY MAGNET AND ITS
PRODUCTION METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a raw material alloy for an iron-based rare earth alloy magnet producible by a strip casting method.

SOLUTION: This raw material alloy for an iron-based rare earth alloy magnet has a composition containing, by atom, 5 to 10% R (R is one or more rare earth metal elements), 10 to 25% Q (Q is one or more elements selected from the groups consisting of B and C) and 0 to 7% M (M is at least one metallic element selected from the group consisting of Mn, Ti, Cr, Nb, Zr, V, W, Hf and Mo), and the balance one or more elements selected from Fe, Co and Ni. The alloy contains an amorphous phase in $\geq 60\%$ of the whole by a volume ratio and has



an alloy composition having higher amorphous phase forming capability compared with the case in which 11% R is contained.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-80921

(P2002-80921A)

(43)公開日 平成14年3月22日 (2002.3.22)

| | | | |
|---------------------------|-------|--------------|-------------------|
| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | マーク〇(参考) |
| C 22 C 1/00 | | C 22 C 1/00 | A 4 E 0 0 4 |
| B 22 D 11/06 | 3 6 0 | B 22 D 11/06 | 3 6 0 B 4 K 9 1 8 |
| B 22 F 1/00 | | B 22 F 1/00 | Y 5 E 0 4 0 |
| C 22 C 33/04 | | C 22 C 33/04 | Z 5 E 0 6 2 |
| 38/00 | 3 0 3 | 38/00 | 3 0 3 D |

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2000-270967(P2000-270967)

(71)出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

(22)出願日 平成12年9月7日 (2000.9.7)

(72)発明者 村上 嘉一

大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号

住友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72)発明者 広沢 哲

大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号

住友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74)代理人 100101683

弁理士 奥田 誠司

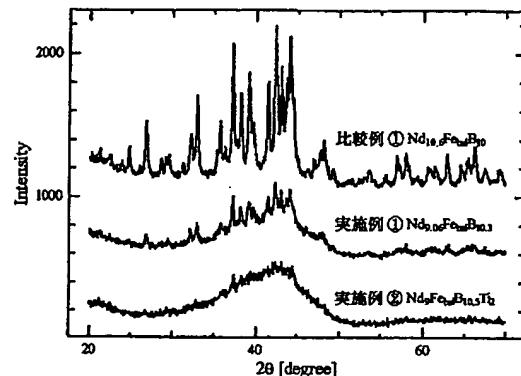
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 鉄基希土類合金磁石用原料合金およびその製造方法

(57)【要約】

【課題】ストリップキャスト法で作製可能な鉄基希土類合金磁石用原料合金を提供する。

【解決手段】5原子%以上10原子%未満のR (Rは1種以上の希土類金属元素)、10原子%以上25原子%以下のQ (QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素)、および0原子%以上7原子%以下のM (MはMn、Ti、Cr、Nb、Zr、V、W、Hf、およびMoからなる群から選択された少なくとも1種の金属元素)を含有し、残余がFe、CoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素によって占められた鉄基希土類合金磁石用原料合金であって、体積比率で全体の60%以上の非晶質相を含み、11原子%のRを含む場合に比較して非晶質形成能が高い合金組成を有する。。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 5原子%以上10原子%未満のR（Rは1種以上の希土類金属元素）、10原子%以上25原子%以下のQ（QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素）、および、0原子%以上7原子%以下のM（MはMn、Ti、Cr、Nb、Zr、V、W、Hf、およびMoからなる群から選択された少なくとも1種の金属元素）を含有し、残余がFe、CoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素によって占められた合金の溶湯であって、10原子%以上のRを含む場合に比較して非晶質形成能が高い合金の溶湯を作製する工程と、
前記合金の溶湯を急冷し、急冷合金を作製する工程と、を包含する鉄基希土類合金磁石用原料合金の製造方法。

【請求項2】 前記急冷工程において、 $10^3\sim 10^5$ ℃/秒の冷却速度で前記合金の溶湯を急冷することにより、体積比率で全体の60%以上の非晶質相を含む急冷合金を作製する請求項1に記載の鉄基希土類合金磁石用原料合金の製造方法。

【請求項3】 ストリップキャスト法を用いて前記合金溶湯を冷却する請求項1または2に記載の鉄基希土類合金磁石用原料合金の製造方法。

【請求項4】 5原子%以上10原子%未満のR（Rは1種以上の希土類金属元素）、10原子%以上25原子%以下のQ（QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素）、および、0原子%以上7原子%以下のM（MはMn、Ti、Cr、Nb、Zr、V、W、Hf、およびMoからなる群から選択された少なくとも1種の金属元素）を含有し、残余がFe、CoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素によって占められた合金の溶湯であって、10原子%以上のRを含む場合に比較して非晶質形成能が高い合金の溶湯を作製する工程と、

前記合金の溶湯を急冷し、非晶質相を含む急冷合金を作成する工程と、

前記急冷合金を結晶化する工程とを包含する鉄基希土類合金磁石の製造方法。

【請求項5】 前記急冷工程において、 $10^3\sim 10^5$ ℃/秒の冷却速度で前記合金の溶湯を急冷することにより、体積比率で全体の60%以上の非晶質相を含む急冷合金を作製する請求項4に記載の鉄基希土類合金磁石の製造方法。

【請求項6】 ストリップキャスト法を用いて前記合金溶湯を冷却する請求項4または5に記載の鉄基希土類合金磁石の製造方法。

【請求項7】 請求項1から3のいずれかに記載の製造方法によって作製された鉄基希土類合金磁石用原料合金を用意する工程と、

前記原料合金を結晶化する工程とを包含する鉄基希土類合金磁石の製造方法。

【請求項8】 請求項4から7のいずれかに記載の製造方法によって作製された鉄基希土類合金磁石の粉末を用意する工程と、

前記粉末を用いてボンド磁石を作製する工程とを包含するボンド磁石の製造方法。

【請求項9】 5原子%以上10原子%未満のR（Rは1種以上の希土類金属元素）、

10原子%以上25原子%以下のQ（QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素）、および0原子%以上7原子%以下のM（MはMn、Ti、Cr、Nb、Zr、V、W、Hf、およびMoからなる群から選択された少なくとも1種の金属元素）を含有し、残余がFe、CoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素によって占められた鉄基希土類合金磁石用原料合金であって、

体積比率で全体の60%以上の非晶質相を含み、10原子%以上のRを含む場合に比較して非晶質形成能が高い合金組成を有する鉄基希土類合金磁石用原料合金。

【発明の詳細な説明】

20 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、各種モータやアクチュエータに好適に使用される鉄基希土類合金磁石およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 ハード磁性相（R₁Fe_{1-x}Bなど）および高磁化強磁性相（FeとBの化合物やα-Feなど）の2相を含むナノコンポジット磁石材料が開発されている（例えば、金清ら、日本応用磁気学会誌Vol.24 (2000) 196、E. F. Kneller et. al., IEEE Transaction on Magnetics, Vol.27 (1991) 3588、Z. Chen, et. al. Journal of Alloys and Compounds, Vol. 287 (1999) 227、R. Coehoorn et. al. Journal of Magnetism and Materials, Vol. 80 (1989) 101、L. Withanawasam et.al. Journal of Applied Physics, Vol.76 (1994) 7065）。

【0003】 これらのナノコンポジット磁石を製造する場合、出発原料として、非晶質組織または非晶質相を多く含む組織を有する急冷凝固合金を用いることが多い。このような出発原料は、熱処理によって結晶化し、最終的には平均結晶粒径が $10^{-3}\sim 10^{-6}$ m程度の微細組織を有する磁性材料となる。

【0004】 結晶化熱処理後における組織構造は、熱処理前における急冷凝固合金の組織構造に大きく依存する。そして、結晶化後の組織構造によって磁気特性は規定される。もしも急冷条件が不適切であると、熱処理前における急冷凝固合金の組織構造が不適当なものとなるため、その後の熱処理条件を如何に調節したとしても、充分な磁気特性を発現するナノコンポジット磁石を得ることはできない。このように、合金溶湯の急冷条件は急冷合金の組織を決定づけるため、どのような急冷方法を選択するかが優れた磁石を製造する上で重要である。現

50

在、急冷合金を作製する方法として、メルトスピニング法が広く用いられている。

【0005】急冷条件によっては、急冷凝固合金が微細結晶組織を有し、結晶化熱処理を経ないでも、そのまま磁石として機能しうる場合がある。しかし、このような急冷条件の最適範囲は非常に狭く、急冷条件を再現性良く制御することが困難であるため、現在、ナノコンジット磁石製造方法の主流とはなっていない。

【0006】メルトスピニング法は、オリフィス（出湯ノズル）を底部に有する出湯管を用い、その出湯ノズルを介して回転ロール上へ溶融金属を噴射し、急冷により非晶質合金を作製する方法である。出湯管の材料は、石英、アルミナ、またはBN（窒化ホウ素）である。メルトスピニング法における急冷速度は10³℃/秒程度以上と速く、この方法を用いることで各種合金の非晶質化に成功している。

【0007】このようなメルトスピニング法を用いて、単相磁石用の急冷合金を作製する方法は、例えば米国特許第4,802,931号の明細書に記載されている。この方法によれば、合金を溶解し、その合金の溶湯をガスによって加圧することで細い出湯ノズルを通過させ、溶湯供給量を絞って急冷ロールへ出湯する。急冷ロール上に溶湯の溜まり（パドルと呼ばれる）を形成するためには、溶湯の条に十分な速度を与えて、急冷ロールの表面へ押しつけることが必要である。この溶湯の流れを制御するため、出湯ノズルが必須である。パドルの形成によって溶湯を薄く広げることが可能となり、薄い薄帯状の急冷合金が作製される。

【0008】メルトスピニング法では、合金溶湯と急冷ロールとの接触長さは短く、およそ5mm以下である。そのため、急冷ロール上で急冷が完了するのではなく、急冷ロールから剥離した後の飛行中の放冷が重要な冷却過程となる。

【0009】メルトスピニング法には、非晶質薄帯を効率良く回収することが難しいことや、急冷ロールへの合金溶湯の供給量（メルトスピニング法における急冷では1kg/分以下の供給量）が少ないなどの問題点があるため、大量生産に適していない。また、合金溶湯を供給するノズルの消耗も激しく、ノズルの費用も無視できない。

【0010】一方、ストリップキャスト法は、合金溶湯をタンディッシュ上へ連続的に供給し、タンディッシュ上で一定温度に滞留させた溶湯を冷却ロール上へ連続的に供給することで合金を作製する。冷却ロール上への溶湯の連続的な供給は、合金溶湯の溜まりを形成することによって実現する。合金溶湯の溜まりから冷却ロールの外周表面へ溶湯を接触させることにより、冷却ロール上で溶湯の凝固物を生成する。この凝固物がロール外周と共に移動して溶湯の溜まりから引き上げられることによって冷却される。この結果、ストリップキャスト法で

は、メルトスピニング法の場合と異なり、溶湯の溜まりとロール外周面との接触長さが比較的大きな或る範囲（約5mm以上50mm以下）を持つ。そのため、ストリップキャスト法では、溶湯冷却はロール上でほぼ完了し、溶湯を薄く広げることもないので、作製される合金は厚いのが一般的である。

【0011】上述のように、ストリップキャスト法ではメルトスピニング法のような出湯ノズルを用いず、回転するロール上へタンディッシュを介して合金溶湯の供給を行なうため、大量生産に適しており、製造コストの低下を実現することが可能であると考えられている。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、ストリップキャスト法は、合金溶湯のロールへの供給量が多く、急冷速度も遅いため、非晶質相を多く含む急冷合金を作製する方法としては向きであり、もっぱら完全に結晶化した金属鋳片の作製法として用いられている（特開平8-229641号公報）。これは、ストリップキャスト法を用いて非晶質相を多く含む急冷合金を作製するには、非晶質形成能の高い合金組成を見出す必要があり、従来のメルトスピニング法により高い性能を発揮していた合金組成をそのままストリップキャスト法に適用しても、非晶質相をほとんど含まない急冷合金しか得られず、最終的に得られる磁石特性が劣化してしまうからである。

【0013】本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、原料合金の組成を限定することにより、非晶質形成能が向上させ、製造コストの安価なストリップキャスト法での作製が可能な鉄基希土類磁石合金および鉄基希土類合金磁石を提供することにある。

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明による鉄基希土類合金磁石用原料合金の製造方法は、5原子%以上10原子%未満のR（Rは1種以上の希土類金属元素）、10原子%以上25原子%以下のQ（QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素）、および、0原子%以上7原子%以下のM（MはMn、Ti、Cr、Nb、Zr、V、W、Hf、およびMoからなる群から選択された少なくとも1種の金属元素）を含有し、残余がFe、CoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素によって占められた合金の溶湯であって、10原子%以上のRを含む場合に比較して非晶質形成能が高い合金の溶湯を作製する工程と、前記合金の溶湯を急冷し、急冷合金を作製する工程とを包含する。

【0015】前記急冷工程においては、10³～10⁵℃/秒の冷却速度で前記合金の溶湯を急冷することにより、体積比率で全体の60%以上の非晶質相を含む急冷合金を作製することが好ましい。

【0016】好ましい実施形態においては、ストリップ

キャスト法を用いて前記合金溶湯を冷却する。

【0017】本発明による鉄基希土類合金磁石の製造方法は、5原子%以上10原子%未満のR（Rは1種以上の希土類金属元素）、10原子%以上25原子%以下のQ（QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素）、および、0原子%以上7原子%以下のM（MはMn、Ti、Cr、Nb、Zr、V、W、Hf、およびMoからなる群から選択された少なくとも1種の金属元素）を含有し、残余がFe、CoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素によって占められた合金の溶湯であって、10原子%以上のRを含む場合に比較して非晶質形成能が高い合金の溶湯を作製する工程と、前記合金の溶湯を急冷し、非晶質相を含む急冷合金を作成する工程と、前記急冷合金を結晶化する工程とを包含する。

【0018】前記急冷工程において、 $10^3 \sim 10^4$ °C/秒の冷却速度で前記合金の溶湯を急冷することにより、体積比率で全体の60%以上の非晶質相を含む急冷合金を作製することが好ましい。

【0019】好ましい実施形態においては、ストリップキャスト法を用いて前記合金溶湯を冷却する。

【0020】本発明による鉄基希土類合金磁石の製造方法は、前記いずれかの製造方法によって作製された鉄基希土類合金磁石用原料合金を用意する工程と、前記原料合金を結晶化する工程とを包含する。

【0021】本発明によるボンド磁石の製造方法は、前記いずれかの製造方法によって作製された鉄基希土類合金磁石の粉末を用意する工程と、前記粉末を用いてボンド磁石を作製する工程とを包含する。

【0022】本発明による鉄基希土類合金磁石用原料合金は、5原子%以上10原子%未満のR（Rは1種以上の希土類金属元素）、10原子%以上25原子%以下のQ（QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素）、および0原子%以上7原子%以下のM（MはMn、Ti、Cr、Nb、Zr、V、W、Hf、およびMoからなる群から選択された少なくとも1種の金属元素）を含有し、残余がFe、CoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素によって占められた鉄基希土類合金磁石用原料合金であって、体積比率で全体の60%以上の非晶質相を含み、10原子%以上のRを含む場合に比較して非晶質形成能が高い合金組成を有する。

【0023】

【発明の実施の形態】一般に、希土類元素Rは、鉄基希土類合金の溶湯を冷却して凝固させる場合において、非晶質生成能の向上に寄与すると考えられてきた。しかしながら、本発明者は各種の実験を繰り返すことにより、このことが必ずしも事実ではないことを見出した。すなわち、ホウ素や炭素の組成比率が10原子%以上25原子%以下の鉄基希土類合金磁石を作製する場合、希土類

元素Rの組成比率を10原子%未満に制限すれば、かえって希土類元素Rの組成比率が10原子%以上の場合よりも非晶質相形成能が向上するという意外な事実を見出した。

【0024】本発明によれば、希土類元素Rの含有量を低減することにより、メルトスピニング法に比べて冷却速度の遅いストリップキャスト法を用いて鉄基希土類合金磁石用原料合金および鉄基希土類合金磁石の量産化を実現することが可能になる。

10 【0025】なお、ストリップキャスト法で作製した急冷凝固合金は、メルトスピニング法で作製した急冷凝固合金よりも相対的に厚くなるため、急冷凝固合金の粉碎後の形状（粉末形状）がメルトスピニング法による場合の粉末形状に比べて球形に近くなる（アスペクト比が1に近くなる）。粉末は、そのアスペクト比が1に近いほど、樹脂と混合する場合に充填率が上がるという利点があるため、本発明による希土類磁石の粉末はボンド磁石へ適用して大いに磁石特性を向上させることができる。

【0026】本発明の鉄基希土類合金磁石用原料合金は、5原子%以上10原子%未満のR（Rは1種以上の希土類金属元素）、10原子%以上25原子%以下のQ（QはBおよびCからなる群から選択された1種以上の元素）、および、0原子%以上7原子%以下のM（MはMn、Ti、Cr、Nb、Zr、V、W、Hf、およびMoからなる群から選択された少なくとも1種の金属元素）を含有し、残余がFe、CoおよびNiからなる群から選択された1種以上の元素によって占められた鉄基希土類合金磁石用原料合金である。

【0027】上記組成の合金溶湯を急冷すると、冷却速度を低減しても、非晶質形成能の向上により、体積比率で全体の60%以上の非晶質相を含む急冷合金を作製することが可能になる。

【0028】【組成の限定理由】Qは、その全量がB（ボロン）から構成されるか、または、BおよびC（炭素）の組み合わせもしくはC単独から構成される。Qの組成比率xが10原子%よりも少ないと、急冷時の冷却速度が 10^3 °C/秒～ 10^4 °C/秒程度と比較的低い場合、非晶質相が全体の60体積%を超えるような急冷合金を作製することができず、その後に熱処理を施しても、例えば 480 kA/m未満の低い保磁力 H_c しか得られない。また、液体急冷法の中でも工程費用が比較的安いストリップキャスト法を採用できなくなり、永久磁石の価格が上昇してしまう。一方、Qの組成比率xが25原子%を超えると、結晶化熱処理後も残存する非晶質相の体積比率が増し、同時に、構成相中で最も高い飽和磁化を有する α -Feの存在比率が減少するため、残留磁束密度 B_r が低下してしまう。以上のことから、Qの組成比率は10原子%以上25原子%以下の範囲に設定することが好ましい。

40 【0029】Rは、LaおよびCeを実質的に含まない

希土類元素である。LaまたはCeが存在すると、保磁力および角形性が劣化する。ただし、微量のLaやCe(0.3原子%以下)が不可避的に混入する不純物として存在する場合は問題ない。より具体的には、Rは、PrまたはNdを必須元素として含むことが好ましく、その必須元素の一部をDyおよび/またはTbで置換してもよい。Rの組成比率yが全体の5原子%未満になると、保磁力の発現に必要な $R_2Fe_{14}B$ 型結晶構造を有する化合物相が充分に析出せず、480kA/m以上の保磁力 H_c を得ることができなくなる。また、Rの組成比率yが10原子%以上になると、非晶質形成能が著しく低下する。このため、ストリップキャスト法によっては非晶質相を60体積%以上も含むような急冷凝固合金を作製することができなくなる。より好ましいRの範囲は6.5原子%以上9.5原子%以下であり、更に好ましいRの範囲は7.5原子%以上9.0原子%以下である。

【0030】添加元素Mは、Mn、Ti、Cr、Nb、Zr、V、W、Hf、およびMoからなる群から選択された少なくとも1種の金属元素であり、非晶質生成能を向上させるという効果を持つ。しかし、Mが多すぎると磁化が低下する。このため、Mの組成比率は0原子%以上7原子%以下の範囲内にあることが好ましい。なお、添加元素としては、Tiが特に好ましい効果をもたらす。

【0031】Feは、上述の元素の含有残余を占めるが、Feの一部をCoおよびNiの一種または二種の遷移金属元素(T)で置換しても所望の硬磁気特性を得ることができる。Feに対するTの置換量が50%を超えると、0.7T以上の高い残留磁束密度 B_r が得られない。このため、置換量は0%以上50%以下の範囲に限定することが好ましい。なお、Feの一部をCoで置換することによって、保磁力 H_c が向上するとともに、R₂Fe₁₄B相のキュリー温度が上昇するため、耐熱性が向上する。CoによるFe置換量の好ましい範囲は0.5%以上40%以下である。

【0032】次に、本発明の好ましい実施形態を説明する。

【0033】本実施形態では、ストリップキャスト装置を用いて原料合金を製造する。酸化しやすい希土類元素RやFeを含む原料合金の酸化を防ぐため、不活性ガス雰囲気中で合金製造工程を実行する。不活性ガスとしては、ヘリウムまたはアルゴン等の希ガスや窒素を用いることができる。なお、窒素は希土類元素Rと比較的に反応しやすいため、ヘリウムまたはアルゴンなどの希ガスを用いることが好ましい。

【0034】【合金溶湯の急冷凝固法】まず、前述の組成式で表現される原料合金の溶湯を作製し、回転するロールとの接触によって冷却し、凝固させる。本実施形態の場合、溶湯の冷却凝固に際して、冷却速度を10³～

10⁵°C/秒とすることが好ましく、10⁴～10⁵°C/秒とすることが更に好ましい。

【0035】合金の溶湯が回転ロールによって冷却される時間は、回転するロールの外周表面に合金が接触してから離れるまでの時間に相当し、その間に、合金の温度は低下し、凝固する。その後、凝固した合金は冷却ロールから離れる。

【0036】ストリップキャスト法を採用した本実施形態では、ロール表面速度を5m/秒以上20m/秒以下の範囲内に調節することによって、体積比率で全体の60%以上が非晶質状態にある急冷合金を作製する。ロール表面周速度が5m/秒未満では、急速に際して結晶相が発生・成長するため、目的とする鉄基希土類合金磁石特性が得られなくなるので好ましくない。一方、ロール表面周速度が20m/秒を超えると、急冷凝固合金の略全体が非晶質相となってしまうため、後の結晶化熱処理工程を行う場合、結晶化プロセスが急激に進行し、組織の制御が困難になるため好ましくない。より好ましいロール急冷速度の範囲は7m/秒以上15m/秒以下である。

【0037】なお、本発明で用いる合金溶湯の急冷法は、量産に適したストリップキャスト法を用いて行なう以外に、メルトビニング法を用いて行なうこともできる。また、これら以外の冷却方法を用いて行なっても良い。

【0038】【熱処理】本実施形態では、熱処理をアルゴン雰囲気中で実行する。好ましくは、昇温速度を5°C/秒～20°C/秒として、550°C以上850°C以下の温度で30秒以上20分以下の時間保持した後、室温まで冷却する。この熱処理によって、非晶質相中に準安定相の微細結晶が析出・成長し、ナノコンポジット組織構造が形成される。

【0039】なお、熱処理温度が550°Cを下回ると、R₂Fe₁₄B型結晶相が析出しないため、保磁力が発現しない。また、熱処理温度が850°Cを超えると、各構成相の粒成長が著しく、残留磁束密度 B_r が低下し、減磁曲線の角形性が劣化する。このため、熱処理温度は550°C以上850°C以下が好ましいが、より好ましい熱処理温度の範囲は570°C以上820°C以下である。

【0040】熱処理雰囲気は、合金の酸化を防止するため、50kPa以下のArガスやN₂ガスなどの不活性ガスが好ましい。0.1kPa以下の真空中で熱処理を行っても良い。

【0041】熱処理前の急冷合金中には、非晶質相以外に、Fe₂B相、Fe₂，B₆、R₂Fe₁₄B相、およびR₂Fe₁₄B₃相等の準安定相が含まれていても良い。その場合、熱処理によって、R₂Fe₁₄B₃相は消失し、R₂Fe₁₄B相の飽和磁化と同等、または、それよりも高い飽和磁化を示す鉄基硼化物（例えばFe₂，B₆）やα-Feが結晶成長する。

【0042】本実施形態によれば、最終的には、軟磁性相の平均結晶粒径が1nm以上50nm以下の組織（ナノコンポジット構造）が得られる。なお、磁気特性向上の観点から、軟磁性相の平均結晶粒径は5nm以上25nm以下の範囲にあることが更に好ましい。

【0043】本発明の場合、 α -Feのような軟磁性相が存在していても、軟磁性相と硬磁性相とが交換相互作用によって磁気的に結合するため、優れた磁気特性が發揮される。

【0044】なお、熱処理前に急冷合金の薄帯を粗く切断または粉碎しておいてもよい。

【0045】熱処理後、得られた鉄基希土類合金磁石を微粉碎し、磁石粉末（磁粉）を作製すれば、その磁粉から公知の工程によって種々のボンド磁石を製造することができる。ボンド磁石を作製する場合、ナノコンポジット磁粉はエポキシ樹脂やナイロン樹脂と混合される、所望の形状に成形される。このとき、ナノコンポジット磁粉に他の種類の磁粉、例えばSm-Fe-N系磁粉やハードフェライト磁粉を混合してもよい。

【0046】上述のボンド磁石を用いてモータやアクチュエータなどの各種の回転機を製造することができる。

【0047】本発明による鉄基希土類合金磁石の粉末を*

*射出成形ボンド磁石用に用いる場合は、粒度が150μm以下になるように粉碎することが好ましく、より好ましい粉末の平均粒径は1μm以上100μm以下である。また、圧縮成形ボンド磁石用に用いる場合は、粒度が300μm以下になるように粉碎することが好ましく、より好ましい粉末の平均粒径は30μm以上250μm以下である。さらに好ましい範囲は50μm以上150μm以下である。

【0048】本実施形態によれば、アスペクト比が1に近い粉末が得られため、充填率が向上し、ボンド磁石の特性が向上する。

【0049】（実施例と比較例）下記の表1に示す組成の原料合金の溶湯を用意し、小型のメルトスピニング装置によって急冷薄帯を作製した。出湯ノズルは内径1.0mmのオリフィスを持つものを用い、急冷ロールとしては銅ロールを用いた。ロール周速度を15m/秒として急冷凝固合金の薄帯を作製した。得られた急冷凝固合金の薄帯の厚さは40μmであり、幅は1.2mmであった。

【0050】

【表1】

| | 希土類 (at%) | Fe (at%) | B (at%) | M (at%) | 非晶質の割合(%) | |
|------|---------------|-------------|------------|------------|-----------|------------|
| | | | | | メルトスピニング法 | ストリップキャスト法 |
| 実施例1 | Nd 9.06 | bal | 10.3 | - | 90 | 82 |
| 実施例2 | Nd 9 | bal | 10.5 | Ti 2 | 100 | 100 |
| 実施例3 | Nd 8.1 La 0.9 | bal | 10.5 | Ti 2 | 100 | 87 |
| 比較例1 | Nd 10.8 | bal | 10 | - | 34 | 32 |
| 比較例2 | Nd 9 | bal | 9 | - | 66 | 58 |

【0051】表1において、例えば「Nd 9.06」は、Ndの組成比率が9.06原子%（原子%）であることを意味している。

【0052】得られた急冷凝固合金の薄帯を150μm以下のサイズになるまで粉碎し、粉末XRD（Cu-Kα）法によって粉末の結晶組織を観察した。

【0053】また、DSC法によって各試料の結晶化発熱量を測定した。各試料の結晶化発熱量は、結晶化熱処理を行なう前の急冷合金中に含まれている非晶質相の割合に比例して大きくなると考えられる。粉末XRD法の結果から、実施例2では、急冷凝固合金のほぼ100%が非晶質相であることを確認しているので、実施例2の結晶化発熱量を100%として各試料の結晶化発熱量を規格化し、それを各試料の非晶質の割合とした。その結果を表1に示している。

【0054】図1は、実施例1、実施例2、および比較例1について、それらの粉末XRDパターンを示している。図1からわかるように、Ndを約9原子%含む急冷合金とNdを10原子%以上含む急冷合金との間には、非晶質の生成比率が大きく異なっている。すなわち、N

dを9原子%程度含む場合、80体積%以上が非晶質相から構成される組織が得られるのに対して、Ndを10原子%以上含む場合は、結晶化熱処理前の状態において既にR₁Fe₁₄B型結晶相に起因する回折ピークが強くあらわれている。また、添加物としてTiを加えた合金系では、非晶質生成能が向上していることが確かめられた。

【0055】次に、表1に示す他の合金を溶融し、ストリップキャスト装置で急冷凝固合金を作製した。この場合のロール周速度は9m/秒とし、ロールの斜め45°上方からタンディッシュを通じて溶湯を傾注した。作製した急冷凝固合金の厚さは100μm～170μmであった。各試料の非晶質の割合を表1の最右欄に示す。なお、表1に示す非晶質割合は、実施例2の結晶化発熱量を100%として各試料の結晶化発熱量を規格化して求めた概算値である。

【0056】表1からわかるように、本発明の実施例では、急冷凝固合金中に占める非晶質割合（体積比率）が比較例に比べて大きく、合金の非晶質性能が著しく向上している。

【0057】

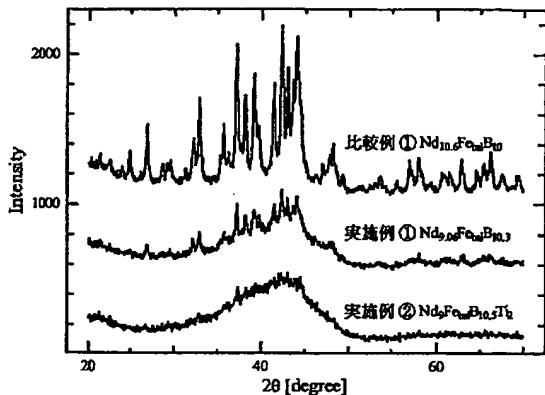
【発明の効果】本発明によれば、合金の非晶質形性能が向上する結果、ストリップキャスト法で作製可能な鉄基希土類合金磁石用原料合金が提供される。その結果、従来、メルトスピニング法等の冷却速度が比較的速い急冷装置を用いて少量生産されていた鉄基希土類合金のコン*

* ポジット磁石を従来より低いコストで量産化することが可能になる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例および比較例について、熱処理前における急冷凝固合金の粉末X線回折パターンを示すグラフである。

【図1】



フロントページの続き

| (51)Int.Cl.* | 識別記号 | F I | マークド(参考) |
|----------------|------|--------------|----------|
| C 22 C 45/02 | | C 22 C 45/02 | A |
| H 01 F 1/053 | | H 01 F 41/02 | G |
| 1/06 | | C 21 D 6/00 | B |
| 41/02 | | H 01 F 1/04 | H |
| // C 21 D 6/00 | | 1/06 | A |

| | | |
|---------|---|--|
| (72)発明者 | 金清 裕和 大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号 住友特殊金属株式会社山崎製作所内 | F ターム(参考) 4E004 DB02 NA05 NB07 NC10 TA01 TA03 TB02 4K018 AA27 BB07 BC01 BD01 KA46 5E040 AA04 AA19 BD03 CA01 HB15 HB17 5E062 CD04 CE01 CG01 |
| (72)発明者 | 三次 敏夫 大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号 住友特殊金属株式会社山崎製作所内 | |

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
 2. **** shows the word which can not be translated.
 3. In the drawings, any words are not translated.
-

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] More than pentatomic % R of under 10 atom % (R is one or more sorts of rare earth metal elements), More than 10 atom % Q below 25 atom % (one or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C), and more than 0 atom % -- M below 7 atom % (it Cr(s) and Nb(s) M -- Mn and Ti --) At least one sort of metallic elements chosen from the group which consists of Zr, V, W, Hf, and Mo are contained. The process at which the remainder is the molten metal of the alloy occupied with one or more sorts of elements chosen from the group which consists of Fe, Co, and nickel, and amorphous organization potency produces the molten metal of a high alloy as compared with the case where R more than 10 atom % is included, The manufacture approach of the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets which includes the process which quenches the molten metal of said alloy and produces a quenching alloy.

[Claim 2] The manufacture approach of the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets according to claim 1 which produces the quenching alloy which contains 60% or more of the whole amorphous phase at the rate of a volume ratio in said quenching process by quenching the molten metal of said alloy with the cooling rate of 103-105 degrees C/second.

[Claim 3] The manufacture approach of the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets according to claim 1 or 2 which cools said alloy molten metal using the strip cast method.

[Claim 4] More than pentatomic % R of under 10 atom % (R is one or more sorts of rare earth metal elements), More than 10 atom % Q below 25 atom % (one or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C), and more than 0 atom % -- M below 7 atom % (it Cr(s) and Nb(s) M -- Mn and Ti --) At least one sort of metallic elements chosen from the group which consists of Zr, V, W, Hf, and Mo

are contained. The process at which the remainder is the molten metal of the alloy occupied with one or more sorts of elements chosen from the group which consists of Fe, Co, and nickel, and amorphous organization potency produces the molten metal of a high alloy as compared with the case where R more than 10 atom % is included, The manufacture approach of the iron machine rare earth alloy magnet which includes the process which creates the quenching alloy which quenches the molten metal of said alloy and contains an amorphous phase, and the process which crystallizes said quenching alloy.

[Claim 5] The manufacture approach of the iron machine rare earth alloy magnet according to claim 4 which produces the quenching alloy which contains 60% or more of the whole amorphous phase at the rate of a volume ratio in said quenching process by quenching the molten metal of said alloy with the cooling rate of 103-105 degrees C/second.

[Claim 6] The manufacture approach of the iron machine rare earth alloy magnet according to claim 4 or 5 which cools said alloy molten metal using the strip cast method.

[Claim 7] The manufacture approach of the iron machine rare earth alloy magnet which includes the process which prepares the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets produced by the manufacture approach of a publication by either of claims 1-3, and the process which crystallizes said raw material alloy.

[Claim 8] The manufacture approach of the bond magnet which includes the process which prepares the powder of the iron machine rare earth alloy magnet produced by the manufacture approach of a publication by either of claims 4-7, and the process which produces a bond magnet using said powder.

[Claim 9] More than pentatomic % R of under 10 atom % (R is one or more sorts of rare earth metal elements), More than 10 atom % Q below 25 atom % (one or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C), and more than 0 atom % -- M below 7 atom % (it Cr(s) and Nb(s) M -- Mn and Ti --) At least one sort of metallic elements chosen from the group which consists of Zr, V, W, Hf, and Mo are contained. It is the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets occupied with one or more sorts of elements chosen from the group which the remainder becomes from Fe, Co, and nickel. The raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets with which amorphous organization potency has a high alloy presentation as compared with the case where R more than 10 atom % is included including 60% or more of the whole amorphous phase at the rate of a volume ratio.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
 2. **** shows the word which can not be translated.
 3. In the drawings, any words are not translated.
-

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the iron machine rare earth alloy magnet used suitable for various motors or an actuator, and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] The nano composite magnet ingredient containing 2 of hard magnetism phases (R₂Fe₁₄B etc.) and high magnetization ferromagnetism phases (a compound, alpha-Fe, etc. of Fe and B) phases is developed. for example, golden purity -- Magnetics Society of Japan Vol. 24 (2000) 196 and E. F. Kneller et. al. and IEEE Transaction Magnetics and Vol. 27 (1991) 3588, Z. Chen, and et. al. Journal of Alloys and Compound and Vol. 287 (1999) 227 and R. Coehoorn et. al. Journal of Magnetism and Materials, Vol. 80 (1989) 101, L. Withanawasam et. al. Journal of Applied Physics, Vol. 76 (1994) 7065.

[0003] When manufacturing these nano composite magnets, the rapid solidification alloy which has an organization containing many amorphous organizations or amorphous phases as a start raw material is used in many cases. It crystallizes by heat treatment and such a start raw material turns into a magnetic material which has the detailed organization whose diameter of average crystal grain is finally about 10-9-10-6m.

[0004] The organization after heat-of-crystallization processing is greatly dependent on the organization of the rapid solidification alloy before heat treatment. And magnetic properties are prescribed by the organization after crystallization. Since the organization of the rapid solidification [be / quenching conditions / unsuitable] alloy before

heat treatment will become unsuitable, even if it adjusts subsequent heat treatment conditions how, the nano composite magnet which discovers sufficient magnetic properties cannot be obtained. Thus, when manufacturing the magnet excellent in what kind of quenching approach is chosen, the quenching conditions of an alloy molten metal are important in order to determine the organization of a quenching alloy. The melt spinning process is widely used as an approach of producing current and a quenching alloy.

[0005] Depending on quenching conditions, it has a fine crystal organization, and also not through heat-of-crystallization processing, a rapid solidification alloy remains as it is, and may function as a magnet. However, since the optimal range of such quenching conditions is very narrow and it is difficult to control quenching conditions with sufficient repeatability, it is not the mainstream of current and the nano composite magnet manufacture approach.

[0006] A melt spinning process is the approach of injecting molten metal to up to a roll kneader through the tapping nozzle, and producing an amorphous alloy by quenching using tapping tubing which has an orifice (tapping nozzle) at the pars basilaris ossis occipitalis. The ingredient of tapping tubing is a quartz, an alumina, or BN (boron nitride). The quenching rate in a melt spinning process is quick in about 105 degrees C/[a second and] or more, and it has succeeded in amorphous-ization of various alloys by using this approach.

[0007] The approach of producing the quenching alloy for single phase magnets is indicated by the specification of U.S. Pat. No. 4,802,931 using such a melt spinning process. According to this approach, an alloy is dissolved, a thin tapping nozzle is passed by pressurizing the molten metal of that alloy by gas, the molten metal amount of supply is extracted, and tapping is carried out to a quenching roll. a quenching roll top -- a molten metal -- collecting (called a paddle) -- in order to form, it is required to give sufficient rate for ** of a molten metal, and to push against the front face of a quenching roll. A tapping nozzle is indispensable in order to control the flow of this molten metal. It becomes possible to extend a molten metal thinly, and a thin thin band-like quenching alloy is produced by formation of a paddle.

[0008] In a melt spinning process, the contact die length of an alloy molten metal and a quenching roll is short, and is 5mm or less about. Therefore, quenching is not completed on a quenching roll but radiationnal cooling under flight after exfoliating from a quenching roll serves as an important cooling process.

[0009] Since there are troubles, like there is little amount of supply

(they are the following amount of supply by 1kg/at quenching in a melt spinning process) of that it is difficult for a melt spinning process to collect amorphous ribbons efficiently and the alloy molten metal to a quenching roll, it is not suitable for mass production method. Moreover, consumption of the nozzle which supplies an alloy molten metal is also intense, and the costs of a nozzle cannot disregard it, either.

[0010] On the other hand, an alloy is produced by the strip cast method supplying an alloy molten metal continuously to up to tundish, and supplying continuously the molten metal made to pile up in constant temperature on tundish to up to a cooling roller. Continuous supply of the molten metal to a cooling roller top is realized by forming ***** of an alloy molten metal. since an alloy molten metal collects, by contacting a molten metal to the periphery front face of a cooling roller, the congelation of a molten metal is generated on a cooling roller. it is cooled by the ability pulling up, since this congelation moves with a roll periphery and a molten metal collects. Consequently, unlike the case of a melt spinning process, by the strip cast method, the contact die length of ***** of a molten metal and a roll peripheral face has a certain comparatively big range (about 5mm or more 50mm or less). Therefore, since molten metal cooling is mostly completed on a roll and a molten metal is not thinly extended by the strip cast method, thick one of the alloy produced is common.

[0011] As mentioned above, by the strip cast method, in order to supply an alloy molten metal through tundish not using a tapping nozzle like a melt spinning process to up to the rotating roll, it is suitable for mass production method, and it is thought possible to realize the fall of a manufacturing cost.

[0012]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the strip cast method is used as a method of producing the metal cast piece which there is much amount of supply to the roll of an alloy molten metal, it is unsuitable as an approach of producing the quenching alloy containing many amorphous phases since a quenching rate is also slow, and crystallized completely chiefly (JP,8-229641,A). This is because the magnet property which it is necessary to find out the high alloy presentation of amorphous organization potency, and only the quenching alloy which hardly contains an amorphous phase even if it applies the alloy presentation which demonstrated the high engine performance by the conventional melt spinning process to the strip cast method as it is obtained, but is finally acquired deteriorates, in order to produce the quenching alloy which contains many amorphous phases using the strip

cast method.

[0013] Amorphous organization potency raises the place which this invention is made in view of the above-mentioned situation, and is made into the purpose by limiting the presentation of a raw material alloy, and it is in offering the iron machine rare earth magnet alloy in which production by the strip cast method with a cheap manufacturing cost is possible, and an iron machine rare earth alloy magnet.

[0014]

[Means for Solving the Problem] The manufacture approach of the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets by this invention More than pentatomic % R of under 10 atom % (R is one or more sorts of rare earth metal elements), More than 10 atom % Q below 25 atom % (one or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C), and more than 0 atom % -- M below 7 atom % (it Cr(s) and Nb(s) M -- Mn and Ti --) At least one sort of metallic elements chosen from the group which consists of Zr, V, W, Hf, and Mo are contained. The process at which the remainder is the molten metal of the alloy occupied with one or more sorts of elements chosen from the group which consists of Fe, Co, and nickel, and amorphous organization potency produces the molten metal of a high alloy as compared with the case where R more than 10 atom % is included, The molten metal of said alloy is quenched and the process which produces a quenching alloy is included.

[0015] In said quenching process, it is desirable by quenching the molten metal of said alloy with the cooling rate of 103–105 degrees C/second to produce the quenching alloy which contains 60% or more of the whole amorphous phase at the rate of a volume ratio.

[0016] In a desirable operation gestalt, said alloy molten metal is cooled using the strip cast method.

[0017] The manufacture approach of the iron machine rare earth alloy magnet by this invention More than pentatomic % R of under 10 atom % (R is one or more sorts of rare earth metal elements), More than 10 atom % Q below 25 atom % (one or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C), and more than 0 atom % -- M below 7 atom % (it Cr(s) and Nb(s) M -- Mn and Ti --) At least one sort of metallic elements chosen from the group which consists of Zr, V, W, Hf, and Mo are contained. The process at which the remainder is the molten metal of the alloy occupied with one or more sorts of elements chosen from the group which consists of Fe, Co, and nickel, and amorphous organization potency produces the molten metal of a high alloy as compared with the case where R more than 10 atom % is included, The

molten metal of said alloy is quenched and the process which creates the quenching alloy containing an amorphous phase, and the process which crystallizes said quenching alloy are included.

[0018] In said quenching process, it is desirable by quenching the molten metal of said alloy with the cooling rate of 103–105 degrees C/second to produce the quenching alloy which contains 60% or more of the whole amorphous phase at the rate of a volume ratio.

[0019] In a desirable operation gestalt, said alloy molten metal is cooled using the strip cast method.

[0020] The manufacture approach of the iron machine rare earth alloy magnet by this invention includes the process which prepares the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets produced by said one of manufacture approaches, and the process which crystallizes said raw material alloy.

[0021] The manufacture approach of the bond magnet by this invention includes the process which prepares the powder of the iron machine rare earth alloy magnet produced by said one of manufacture approaches, and the process which produces a bond magnet using said powder.

[0022] The raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets by this invention More than pentatomic % R of under 10 atom % (R is one or more sorts of rare earth metal elements), More than 10 atom % Q below 25 atom % (one or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C), and more than 0 atom % -- M below 7 atom % (it Cr(s) and Nb(s) M -- Mn and Ti --) At least one sort of metallic elements chosen from the group which consists of Zr, V, W, Hf, and Mo are contained. The remainder is the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets occupied with one or more sorts of elements chosen from the group which consists of Fe, Co, and nickel, and amorphous organization potency has a high alloy presentation as compared with the case where R more than 10 atom % is included, including 60% or more of the whole amorphous phase at the rate of a volume ratio.

[0023]

[Embodiment of the Invention] Generally, it has been thought that rare earth elements R contribute to improvement in amorphous generation ability when making the molten metal of an iron machine rare earth alloy cool and solidify. However, this invention person found out that this was not necessarily a fact by repeating various kinds of experiments. That is, when the presentation ratio of boron or carbon produced the iron machine rare earth alloy magnet below 25 atom % more than 10 atom % and the presentation ratio of rare earth elements R was restricted to under 10 atom %, the unexpected fact that amorphous phase organization

potency improved rather than the case where the presentation ratio of rare earth elements R is more than 10 atom % on the contrary was found out.

[0024] According to this invention, it becomes possible by reducing the content of rare earth elements R to realize fertilization of the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets, and an iron machine rare earth alloy magnet using the strip cast method a cooling rate is slow, compared with a melt spinning process.

[0025] In addition, since the rapid solidification alloy produced by the strip cast method becomes thick relatively rather than the rapid solidification alloy produced by the melt spinning process, it becomes close to a globular form compared with a powder configuration in case the configuration after grinding of a rapid solidification alloy (powder configuration) is based on a melt spinning process (an aspect ratio becomes close to 1). Since it has the advantage that a filling factor increases when mixing with resin so that the aspect ratio of powder is close to 1, the powder of the rare earth magnet by this invention can be applied to a bond magnet, and can greatly raise a magnet property.

[0026] The raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets of this invention more than pentatomic % R of under 10 atom % (R is one or more sorts of rare earth metal elements), More than 10 atom % Q below 25 atom % (one or more sorts of elements chosen from the group which Q becomes from B and C), and more than 0 atom % -- M below 7 atom % (it Cr(s) and Nb(s) M -- Mn and Ti --) It is the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets occupied with one or more sorts of elements chosen from the group which at least one sort of metallic elements chosen from the group which consists of Zr, V, W, Hf, and Mo are contained, and the remainder becomes from Fe, Co, and nickel.

[0027] If the alloy molten metal of the above-mentioned presentation is quenched, even if it reduces a cooling rate, it will become possible to produce the quenching alloy which contains 60% or more of the whole amorphous phase at the rate of a volume ratio by improvement in amorphous organization potency.

[0028] or, as for the [reason for limitation of a presentation] Q, the whole quantity consists of B (boron) -- or the combination of B and C (carbon) or C -- since independent, it is constituted. If there are few presentation ratios x of Q than 10 atom %, when the cooling rate at the time of quenching is comparatively low in 102 degrees C/second - about 104 degrees C/[a second and], even if it cannot produce a quenching alloy with which an amorphous phase exceeds the whole 60 volume % but heat-treats after that, only the low coercive force HcJ of less than 480

kA/m will be acquired, for example. Moreover, also in a melt quenching method, it becomes impossible for process costs to adopt the comparatively cheap strip cast method, and the price of a permanent magnet will rise. On the other hand, if the presentation ratio x of Q exceeds 25 atom %, since the rate of an abundance ratio of alpha-Fe which has the highest saturation magnetization in a configuration phase to the increase of the rate of the volume ratio of the amorphous phase in which after heat-of-crystallization processing remains, and coincidence will decrease, a residual magnetic flux density B_r will fall.

As for the presentation ratio of Q, from the above thing, it is desirable to set it as the range below 25 atom % more than 10 atom %.

[0029] R is rare earth elements which do not contain La and Ce substantially. Existence of La or Ce degrades coercive force and square shape nature. However, it is satisfactory when La and Ce (below 0.3 atom %) of a minute amount exist as an impurity mixed unescapable. As for R, it is desirable that Pr or Nd is included as an essential element, and, more specifically, it may permute a part of the essential element by Dy and/or Tb. When the presentation ratio y of R becomes under the whole pentatomic %, the compound phase which has the R₂Fe₁₄B mold crystal structure required for the manifestation of coercive force does not fully deposit, but it becomes impossible to acquire the coercive force H_{cJ} of 480 or more kA/m. Moreover, if the presentation ratio y of R becomes more than 10 atom %, amorphous organization potency will fall remarkably. It becomes impossible for this reason, to produce a rapid solidification alloy with which more than 60 volume % contains an amorphous phase depending on the strip cast method. The range of more desirable R is below 9.5 atom % more than 6.5 atom %, and the range of still more desirable R is below 9.0 atom % more than 7.5 atom %.

[0030] Alloying elements M are at least one sort of metallic elements chosen from the group which consists of Mn, Ti, Cr, Nb, Zr, V, W, Hf, and Mo, and have the effectiveness of raising amorphous generation ability. However, if there is too much M, magnetization will fall. For this reason, as for the presentation ratio of M, it is desirable that it is in within the limits below 7 atom % more than 0 atom %. In addition, as an alloying element, Ti brings about desirable effectiveness especially.

[0031] Although Fe occupies the content remainder of an above-mentioned element, even if it permutes a part of Fe by a kind of Co and nickel, or two sorts of transition-metals elements (T), it can obtain desired hard magnetic property. If the amount of permutations of T to Fe exceeds 50%, the high residual magnetic flux density B_r beyond 0.7T will not be

obtained. For this reason, as for the amount of permutations, it is desirable to limit to 50% or less of range 0% or more. In addition, since the Curie temperature of R2Fe14 B phase rises while coercive force HcJ improves by permuting a part of Fe by Co, thermal resistance improves. The range where the amount of Fe permutations by Co is desirable is 40% or less 0.5% or more.

[0032] Next, the desirable operation gestalt of this invention is explained.

[0033] With this operation gestalt, a raw material alloy is manufactured using strip cast equipment. In order to prevent oxidation of the raw material alloy containing the rare earth elements R and Fe which are easy to oxidize, an alloy production process is performed in an inert gas ambient atmosphere. As inert gas, rare gas and nitrogen, such as helium or an argon, can be used. In addition, as for nitrogen, it is desirable to use rare gas, such as helium or an argon, in order to tend to react in comparison with rare earth elements R.

[0034] [the rapid solidification method of an alloy molten metal] -- the molten metal of the raw material alloy expressed with the above-mentioned empirical formula is produced, and it is made to cool and solidify first by contact on the rotating roll. In the case of this operation gestalt, it is desirable to carry out a cooling rate in 103-105 degrees C/second on the occasion of the cooling coagulation of a molten metal, and it is still more desirable to carry out in 104-105 degrees C/second.

[0035] The time amount by which the molten metal of an alloy is cooled with a roll kneader is equivalent to time amount after an alloy contacts the periphery front face of the rotating roll until it separates, and between them, the temperature of an alloy falls and is solidified. Then, the solidified alloy separates from a cooling roller.

[0036] In this operation gestalt which adopted the strip cast method, 60% or more of the whole produces the quenching alloy in an amorphous state at the rate of a volume ratio by adjusting roll surface velocity a second within the limits of 5m /or more 20m/second or less. In order that roll surface peripheral velocity may face quenching in a second in less than 5m /and a crystal phase may occur and grow, since the iron machine rare earth alloy magnet property made into the purpose is no longer acquired, it is not desirable. On the other hand, when performing next heat-of-crystallization down stream processing since the whole abbreviation for a rapid solidification alloy becomes an amorphous phase if roll surface peripheral velocity exceeds a second in 20m /, since a crystallization process advances rapidly and control of an organization

becomes difficult, it is not desirable. The range of a more desirable roll quenching rate is 7m/second or more 15m/second or less.

[0037] In addition, besides carrying out using the strip cast method for having been suitable for mass production, the melt pinning method can be used for the quenching method of an alloy molten metal used by this invention, and it can also perform it. Moreover, you may carry out using the cooling approaches other than these.

[0038] With [heat treatment] book operation gestalt, heat treatment is performed in an argon ambient atmosphere. Preferably, a programming rate is carried out in 5 degrees C/second - 20 degrees C/second, and at 550-degree-C or more temperature of 850 degrees C or less, 30 seconds or more, after [20 or less minutes] carrying out time amount maintenance, it cools to a room temperature. Of this heat treatment, into an amorphous phase, the fine crystal of a metastable phase deposits and grows and nano composite organization is formed.

[0039] In addition, if heat treatment temperature is less than 550 degrees C, since an R2Fe14B mold crystal phase does not deposit, coercive force is not discovered. Moreover, if heat treatment temperature exceeds 850 degrees C, grain growth of each configuration phase will be remarkable, a residual magnetic flux density Br will fall, and the square shape nature of a demagnetization curve will deteriorate. For this reason, although 550 degrees C or more 850 degrees C or less of heat treatment temperature are desirable, the range of more desirable heat treatment temperature is 570 degrees C or more 820 degrees C or less.

[0040] A heat treatment ambient atmosphere has desirable inert gas, such as Ar gas of 50 or less kPas, and N2 gas, in order to prevent oxidation of an alloy. 0. You may heat-treat in the vacuum of 1 or less kPa.

[0041] In the quenching alloy before heat treatment, metastable phases, such as Fe3 B phase, Fe23 B6, R2Fe14 B phase, and an R2Fe23B three phase circuit, may be contained in addition to the amorphous phase. In that case, by heat treatment, an R2Fe23B three phase circuit disappears, and the iron machine boride (for example, Fe23 B6) and alpha-Fe which show the saturation magnetization of R2Fe14 B phase, an EQC, or saturation magnetization higher than it carry out crystal growth.

[0042] 1nm or more organization 50nm or less (nano composite structure) is got for the diameter of average crystal grain of a soft magnetism phase by this operation gestalt ***** and the last target. In addition, as for the diameter of average crystal grain of the viewpoint of the improvement in magnetic properties to a soft magnetism phase, it is still more desirable that it is in the 5nm or more range of 25nm or less.

[0043] Even if a soft magnetism phase like alpha-Fe exists in the case of this invention, in order that a soft magnetism phase and a hard magnetism phase may join together magnetically by the exchange interaction, outstanding magnetic properties are demonstrated.

[0044] In addition, the thin band of a quenching alloy may be coarsely cut or ground before heat treatment.

[0045] If the obtained iron machine rare earth alloy magnet is pulverized after heat treatment and magnet powder (magnetic powder) is produced, various bond magnets can be manufactured according to a well-known process from the magnetic powder. When producing a bond magnet, nano composite magnetic powder is fabricated by the desired configuration mixed with an epoxy resin or Nylon. At this time, other magnetic powder, for example, Sm-Fe-N system magnetic powder, and hard ferrite magnetic powder of a class may be mixed to nano composite magnetic powder.

[0046] Various kinds of rotating machines, such as a motor and an actuator, can be manufactured using an above-mentioned bond magnet.

[0047] When using the powder of the iron machine rare earth alloy magnet by this invention for injection-molding bond magnets, it is desirable to grind so that grain size may be set to 150 micrometers or less, and the mean particle diameter of more desirable powder is 1 micrometers or more 100 micrometers or less. Moreover, when using for compression-molding bond magnets, it is desirable to grind so that grain size may be set to 300 micrometers or less, and the mean particle diameter of more desirable powder is 30 micrometers or more 250 micrometers or less. The still more desirable range is 50 micrometers or more 150 micrometers or less.

[0048] According to this operation gestalt, powder with the aspect ratio near 1 is obtained, it accumulates, a filling factor improves, and the property of a bond magnet improves.

[0049] (An example and example of a comparison) The molten metal of the raw material alloy of the presentation shown in the following table 1 was prepared, and the quenching thin band was produced with small melt spinning equipment. The tapping nozzle used the copper roll as a quenching roll using the thing with an orifice with a bore of 1.0mm. Roll peripheral velocity was carried out in 15m/second, and the thin band of a rapid solidification alloy was produced. The thickness of the thin band of the obtained rapid solidification alloy was 40 micrometers, and width of face was 1.2mm.

[0050]

[Table 1]

| | 希土類 (at%) | Fe (at%) | B (at%) | M (at%) | 非晶質の割合(%) | |
|------|---------------|-------------|------------|------------|-----------|------------|
| | | | | | メルトスピニング法 | ストリップキャスト法 |
| 実施例1 | Nd 9.06 | bal | 10.3 | - | 90 | 82 |
| 実施例2 | Nd 9 | bal | 10.5 | Ti 2 | 100 | 100 |
| 実施例3 | Nd 8.1 La 0.9 | bal | 10.5 | Ti 2 | 100 | 97 |
| 比較例1 | Nd 10.6 | bal | 10 | - | 34 | 32 |
| 比較例2 | Nd 9 | bal | 9 | - | 66 | 58 |

[0051] In Table 1, "Nd9.06" means that the presentation ratio of Nd is 9.06 atoms % (atomic %).

[0052] until it becomes the size of 150 micrometers or less about the thin band of the obtained rapid solidification alloy -- grinding -- Powder XRD (Cu-Kalpha) -- it gazed at the powdered crystalline structure by law.

[0053] Moreover, the crystallization calorific value of each sample was measured by the DSC method. It is thought that the crystallization calorific value of each sample becomes large in proportion to the rate of the amorphous phase contained in the quenching alloy before performing heat-of-crystallization processing. Since it was checking that about 100% of a rapid solidification alloy was an amorphous phase in the example 2 from the result of the powder XRD method, crystallization calorific value of an example 2 was made into 100%, the crystallization calorific value of each sample was standardized and it was made into the amorphous rate of each sample. The result is shown in Table 1.

[0054] Drawing 1 shows those powder XRD patterns about the example 1, the example 2, and the example 1 of a comparison. Between the quenching alloy atom [about 9] % Containing Nd, and the quenching alloy which contains Nd more than 10 atom %, amorphous generation ratios differ greatly so that drawing 1 may show. That is, when Nd is included more than 10 atom % to the organization where more than 80 volume % consists of amorphous phases being obtained when Nd is included a 9 atom % grade, the diffraction peak which already originates in an R2Fe14B mold crystal phase in the condition before heat-of-crystallization processing is appearing strongly. Moreover, it was confirmed by the alloy system which added Ti as an additive that amorphous generation ability is improving.

[0055] Next, other alloys shown in Table 1 were fused, and the rapid solidification alloy was produced with strip cast equipment. Roll peripheral velocity in this case was carried out in 9m/second, and concentrated the molten metal through the tundish from 45 degree upper part of slanting of a roll. The thickness of the produced rapid

solidification alloy was 100 micrometers - 170 micrometers. The amorphous rate of each sample is shown in the rightmost column of Table 1. In addition, the amorphous rate shown in Table 1 is the rough value which made crystallization calorific value of an example 2 100%, and standardized and calculated the crystallization calorific value of each sample.

[0056] As shown in Table 1, in the example of this invention, the amorphous rate (rate of a volume ratio) of occupying in a rapid solidification alloy is large compared with the example of a comparison, and the amorphous form engine performance of an alloy is improving remarkably.

[0057]

[Effect of the Invention] According to this invention, the raw material alloy for iron machine rare earth alloy magnets producible by the strip cast method is offered as a result of the improvement of amorphous form engine performance of an alloy. Consequently, it becomes possible to fertilize conventionally the composite magnet of the iron machine rare earth alloy with which cooling rates, such as a melt spinning process, were produced in small lots using comparatively quick quenching equipment at cost lower than before.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the graph which shows the powder X diffraction pattern of the rapid solidification alloy before heat treatment about the example and the example of a comparison of this invention.

[Translation done.]

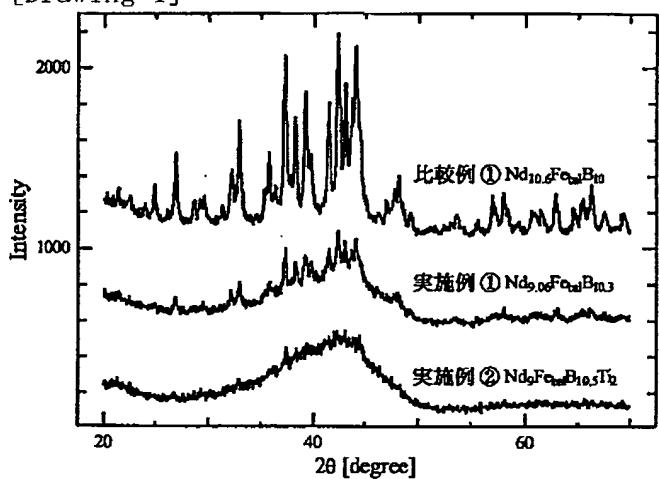
* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Drawing 1]



[Translation done.]